



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **122115** (13) **C2**
(51) МПК (2020.01)
C07F 7/10 (2006.01)
C07C 275/00
C07C 275/06 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО РОЗВИТКУ
ЕКОНОМІКИ, ТОРГІВЛІ ТА
СІЛЬСЬКОГО ГОСПОДАРСТВА
УКРАЇНИ

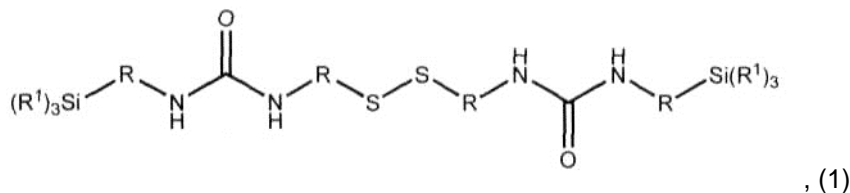
(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21) Номер заявки:	а 2015 04631	(72) Винахідник(и):	Мозер Ральф (DE), Розенштігль Себастьян (DE), Бургер Роземарі (DE), Рьобен Карен (DE)
(22) Дата подання заявки:	13.05.2015	(73) Володілець (володільці):	ЕВОНІК ОПЕРЕЙШНС ГМБХ, Rellinghauser Strasse 1-11, 45128 Essen, Germany (DE)
(24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності:	26.09.2020	(74) Представник:	Петров Андрій Володимирович, реєстр. №139
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	10 2014 209 215.9	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	Soft route for monodisperse gold nanoparticles confined within SH- functionalized walls of mesoporous silica / Besson Eric et al. // J. Mater. Chem. – 2009. – Vol. 19. – P. 4746-4752; An efficient and greener protocol towards synthesis of unsymmetrical N, N'-biphenyl urea Mane Madhav et al. // Arabian Journal of Chemistry. – 2013. – Vol. 6. – P. 423-427.
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	15.05.2014		
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку:	DE		
(41) Публікація відомостей про заявку:	25.11.2015, Бюл.№ 22		
(46) Публікація відомостей про державну реєстрацію:	25.09.2020, Бюл.№ 18		

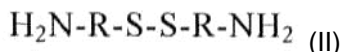
(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ КАРБАМІДВІСНИХ СИЛАНІВ

(57) Реферат:

Винахід стосується способу одержання карбамідвісних силанів загальної формули (I)



який полягає в тому, що діамін загальної формули (II)

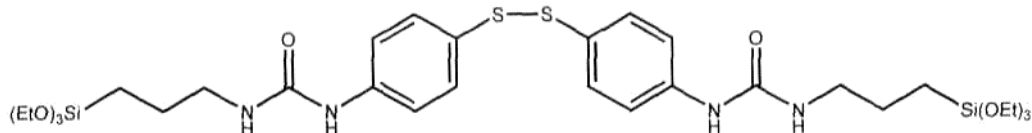
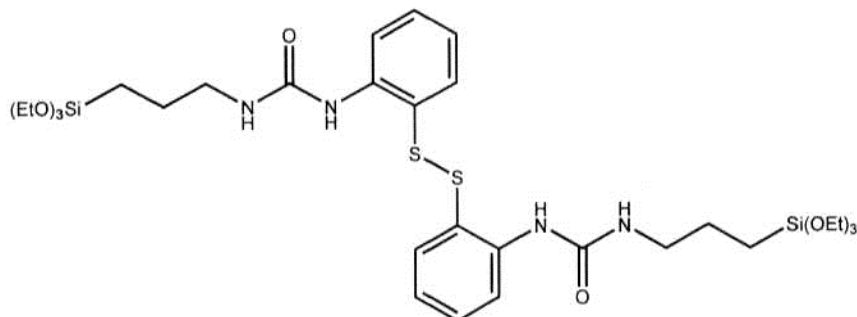
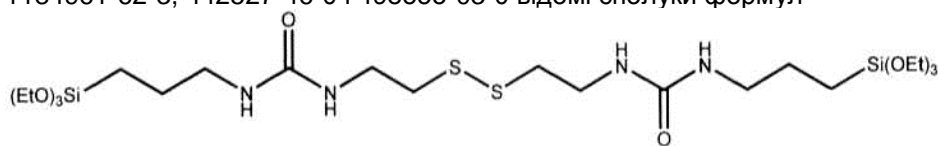


піддають у воді взаємодії з ізоціанатсиланом загальної формули III



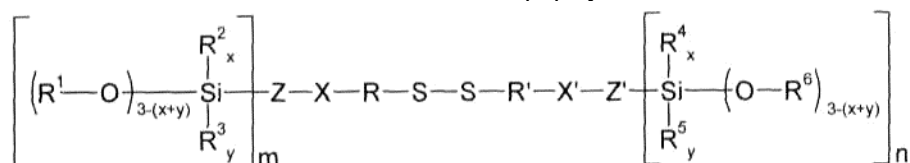
UA 122115 C2

Даний винахід належить до способу одержання карбамідвмісних силанів.
Із CAS 1184961-62-3, 442527-46-0 і 498553-03-0 відомі сполуки формул

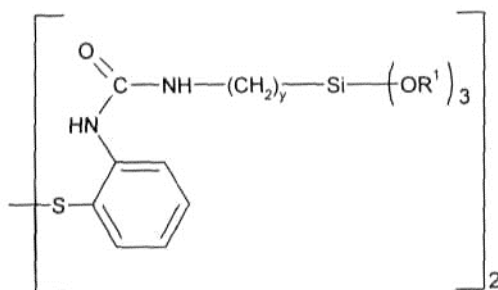


5

Крім цього, із US 2003/0191270 A1 відомі силани формули



Із JP 2002201312 A відомі модифікатори каучуку формули

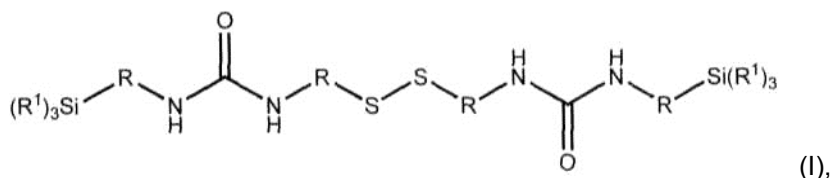


Із J. Mat. Chem. 2009, 19, ee. 4746-4752, відомі далі золоті наночастинки, присутні в функціоналізованих SH-групами скелетних структурах із мезопористих кремнієвих кислот, і одержання карбамідвмісних силанів. При одержанні силанів цим відомим способом використовують органічні розчинники.

Недолік відомого способу одержання силанів полягає в тому, що він являє собою складний і трудомісткий процес, який проводять в багато стадій і який передбачає використання органічного розчинника (нейтралізація в H₂O, екстракція в CH₂Cl₂-фазі, сушіння сульфатом магнію (MgSO₄), видалення розчинника, заміна розчинника на тетрагідрофуран (ТГФ), реакція в ТГФ, видалення розчинника, осадження/промивання в пентані).

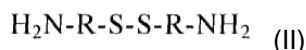
В основу даного винаходу поставлено задачу розробити спосіб, який на відміну від відомих із рівня техніки способів дозволяв би уникнути використання органічного розчинника і складався би із меншої кількості стадій.

Об'єктом винаходу є згідно з цим спосіб одержання карбамідвмісних силанів загальної формули I

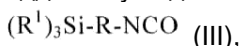


де R^1 мають однакові або різні значення і являють собою

C₁-C₁₀алкоксигрупи, краще метокси- або етоксигрупу, циклічну C₂-C₁₀діалкоксигрупу, феноксигрупу, C₄-C₁₀циклоалкоксигрупи, C₆-C₂₀арильні групи, краще феніл, C₁-C₁₀алкільну групу, краще метил або етил, C₂-C₂₀алкенільну групу, C₇-C₂₀аралкільну групу або галоген, краще C₁, а R мають однакові або різні значення і являють собою розгалужену або нерозгалужену, насичену або ненасичену, аліфатичну, ароматичну або змішано аліфатичну/ароматичну двовалентну вуглеводневу групу з C₁-C₃₀, краще з C₁-C₂₀, більш краще з C₁-C₁₀, особливо краще з C₁-C₇, найкраще з C₂ і C₃, яка необов'язково заміщена F-, Cl-, Br-, I-, -CN або HS-, який відрізняється тим, що діамін загальної формули II



піддають у воді взаємодії з ізоціанатсиланом загальної формули III



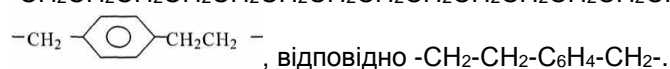
де R і R^1 мають зазначені вище значення.

Для реакції можна за необхідності використовувати додатковий органічний розчинник.

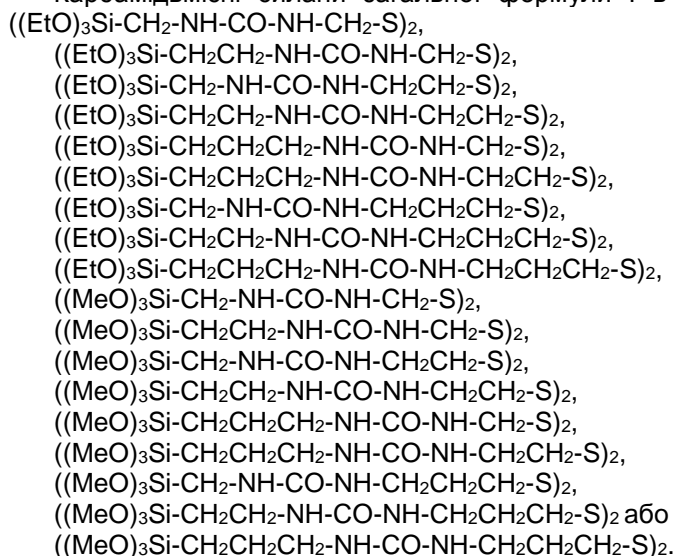
Взаємодію можна проводити без додаткового органічного розчинника.

Карбамідвмісні силани можуть являти собою суміші карбамідвмісних силанів загальної формули I.

Одержуваний запропонованим в винаході способом продукт може містити олігомери, які утворюються в результаті гідролізу і конденсації алкоксисиланових функціональних груп карбамідвмісних силанів загальної формули I.

[illegible]

Карбамідвмісні силани загальної формули I в кращому варіанті можуть являти собою



Особливо краще сполуку формули

$((\text{EtO})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{S})_2$.

Діаміни загальної формули II в кращому варіанті можуть являти собою $\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{NH}_2$, $\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{S}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{NH}_2$,

$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{S}-\text{S}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}_2$, $\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{S}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}_2$,

5 $\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{S}-\text{S}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}_2$ або

$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{S}-\text{S}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}_2$.

Ізоціанатсилани загальної формули III в кращому варіанті можуть являти собою $(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2-\text{NCO}$, $(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NCO}$,

$(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NCO}$, $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2-\text{NCO}$,

10 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NCO}$ або $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NCO}$.

Карбамідвмісний силан загальної формули I можна одержувати запропонованим в винаході способом з виходом більш ніж 50 %, краще більше 60 %, особливо краще більше 70 %, найкраще більше 80 %.

15 Розчинний в ДМСО- d_6 або CDCl_3 компонент в одержаному запропонованим в винаході способом продукт визначають шляхом додавання внутрішнього стандарту, такого, наприклад, як трифенілфосфіноксид (ТФФО), в ДМСО- d_6 або в CDCl_3 і шляхом аналізу відомим ^1H -ЯМР-методом.

20 У порівнянні з застосовними діамінами загальної формули II кількість води може становити більш ніж 1 мас. %, краще більше 10 мас. %, особливо краще більше 50 мас. %, найкраще більш ніж 100 мас. %.

Реакцію можна проводити в умовах, що виключають доступ повітря.

Реакцію можна проводити в атмосфері захисного газу, наприклад аргону або азоту, краще в атмосфері азоту.

25 Запропонований в винаході спосіб можна здійснювати при нормальному тиску, підвищеному тиску або зниженому тиску. В кращому варіанті запропонований в винаході спосіб можна здійснювати при нормальному тиску.

При здійсненні запропонованого в винаході способу при підвищеному тиску він може становити від 1,1 до 100 бар, краще від 1,5 до 50 бар, особливо краще від 2 до 20 бар, найкраще від 2 до 10 бар.

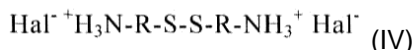
30 При здійсненні запропонованого в винаході способу при зниженому тиску він може становити від 1 до 1000 мбар, краще від 1 до 500 мбар, особливо краще від 1 до 250 мбар, найкраще від 5 до 100 мбар.

Запропонований в винаході спосіб можна здійснювати при температурі в межах від 0 до +100 °C, краще від 5 до 60 °C, особливо краще від 5 до 30 °C.

35 При здійсненні запропонованого в винаході способу можна дозувати діаміни загальної формули II до ізоціанатсиланів загальної формули III.

При здійсненні запропонованого в винаході способу в кращому варіанті можна дозувати ізоціанатсилани загальної формули III до діамінів загальної формули II.

40 Діаміни загальної формули II можна перед їхньою взаємодією з ізоціанатсиланами загальної формули III одержувати із гідрогалогенідних солей діамінів загальної формули IV



додаванням основи, краще NaOH або KOH, при цьому Hal являє собою F, Cl, Br або I, краще Cl. Основу можна при цьому додавати доти, поки величина pH не встановиться на значення в межах від 7 до 14.

45 При здійсненні запропонованого в винаході способу діаміни загальної формули II і ізоціанатсилани загальної формули III можна використовувати в молярному співвідношенні між ними від 1:1,70 до 1:2,20, краще від 1:1,75 до 1:2,10, особливо краще від 1:1,80 до 1:2,00.

50 Залишковий вміст діамінів загальної формули II в продукті, одержаному запропонованим в винаході способом, може становити менш ніж 25 мол. %, краще менш ніж 10 мол. %, особливо краще менш ніж 5 мол. %, найкраще менш ніж 3 мол. %.

Виразений в мол. % відносний вміст діамінів загальної формули II в продукті, одержаному запропонованим в винаході способом, визначають з використанням ^{13}C -ЯМР-методу шляхом інтегрування сигналів від C-атомів групи $-\text{CH}_2-\text{NH}_2$ в діамінах загальної формули II по відношенню до C-атомів групи $\text{Si}-\text{CH}_2-$ в карбамідвмісних силанах загальної формули I.

55 З метою визначення такого відносного вмісту для речовини формули II $\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{S}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{NH}_2$ використовують, наприклад, інтеграл сигналів від C-атомів групи $-\text{CH}_2-\text{NH}_2$.

Залишковий вміст ізоціанатсиланів загальної формули III в продукті, одержаному запропонованим в винаході способом, може становити менш ніж 10 мол. %, краще менш ніж 5 мол. %, особливо краще менш ніж 1 мол. %, найкраще менш ніж 0,1 мол. %.

Виражений в мол. % відносний вміст ізоціанатсиланів загальної формули II в продукті, одержаному запропонованим в винаході способом, в інтервалі значень більш ніж 1 мол. % визначають з використанням ^{13}C -ЯМР-методу шляхом інтегрування сигналів від С-атомів групи -NCO в ізоціанатсиланах загальної формули III по відношенню до С-атомів групи Si-CH₂- в карбамідвмісних силанах загальної формули I.

З метою визначення такого відносного вмісту в інтервалі значень більш ніж 1 мол. % для речовини формули III (EtO)₃Si-CH₂-CH₂-CH₂-NCO використовують, наприклад, інтеграл сигналів від С-атомів групи -NCO ($\delta=122,22$ м.ч.).

Виражений в мол. % відносний вміст ізоціанатсиланів загальної формули III в продукті, одержаному запропонованим в винаході способом, в інтервалі значень менш ніж 1 мол. % визначають відомим методом кількісної інфрачервоної спектроскопії з фур'є - перетворенням. Для калібрування при аналізі цим методом використовують калібрувальні розчини придатної для цього концентрації (наприклад, в C₂Cl₄). Для проведення вимірювань навеску проби масою приблизно 1 г поміщають в 25-мілілітрову склянку з закритим краєм і додають 25 г C₂Cl₄. Пробу протягом 1-2 год. струшують в машині для струшування. Потім нижню рідину обережно дозують в 20-міліметрову кювету для інфрачервоної спектроскопії і аналізують інфрачервоною спектроскопією з фур'є - перетворенням (4000-1200 см⁻¹, розрізнення 2 см⁻¹). В тих самих умовах для віднімання реєструють спектр розчинника.

З метою визначення такого відносного вмісту в інтервалі значень менш ніж 1 мол. % для речовини формули III (EtO)₃Si-CH₂-CH₂-CH₂-NCO використовують, наприклад, довжину хвилі валентного коливання групи -NCO при 2270 см⁻¹.

Залишковий вміст гідрогалогенідної солі діамінів загальної формули IV в продукті, одержаному запропонованим в винаході способом, може становити менш ніж 25 мол. %, краще менш ніж 10 мол. %, особливо краще менш ніж 5 мол. %, найкраще менш ніж 3 мол. %.

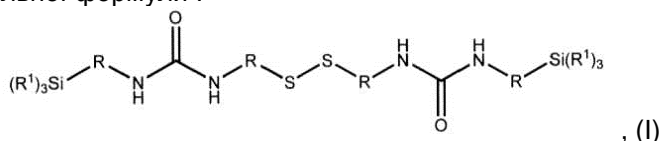
Виражений в мол. % відносний вміст гідрогалогенідних солей діамінів загальної формули IV в продукті, одержаному запропонованим в винаході способом, визначають з використанням ^{13}C -ЯМР-методу шляхом інтегрування сигналів від С-атомів групи -CH₂-NH₂-HCl в гідрогалогенідних солях діамінів загальної формули IV відносно С-атомів групи Si-CH₂- в карбамідвмісних силанах загальної формули I.

З метою визначення такого відносного вмісту для речовини формули IV HCl·H₂N-CH₂-CH₂-S-S-CH₂-CH₂-NH₂·HCl використовують, наприклад, інтеграл сигналів від С-атомів групи S-CH₂-CH₂-NH₂·HCl ($\delta=37,82$ м.ч.) або групи S-CH₂-CH₂-NH₂·HCl ($\delta=33,79$ м.ч.).

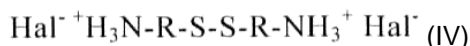
Продукт реакції можна потім відфільтрувати і промивати водою і/або органічним розчинником, краще алканом, особливо краще пентаном, гексаном або гептаном. В кращому варіанті продукт реакції можна промивати водою, а потім алканом, особливо краще гексаном.

Після фільтрації продукт можна сушити. Сушіння можна проводити при температурі в межах від 20 до 100 °С, краще від 25 до 50 °С. Сушіння можна проводити під зниженим тиском в межах від 1 до 500 мбар.

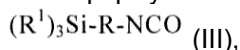
В одному з варіантів запропонований у винаході спосіб одержання карбамідвмісних силанів загальної формули I



де R і R¹ мають зазначені вище значення, може відрізнятися тим, що гідрогалогенідну сіль діаміну загальної формули IV



розчиняють у воді і піддають взаємодії з основою, після чого додають ізоціанатсилан загальної формули III



продукт, що випав в осад, відфільтровують, промивають водою і гексаном і сушать.

Карбамідвмісні силани загальної формули I можна використовувати як підситлювачі (промотори) адгезії між неорганічними матеріалами, наприклад скляними кульками, скляним кришвом, скляними поверхнями, скловолокнами або оксидними наповнювачами, краще кремнієвими кислотами, такими як осажені кремнієві кислоти або пірогенні кремнієві кислоти, і органічними полімерами, наприклад терморектопластами, термопластами або еластомерами, відповідно як зшиваючі агенти і модифікатори оксидних поверхонь.

Карбамідвмісні силани загальної формули I можна далі використовувати як апрети в наповнених гумових сумішах, наприклад в гумових сумішах для виготовлення протекторів шин, гумово-технічних виробів або підшв взуття.

5 Перевага запропонованого в винаході способу полягає в можливості одержання карбамідвмісних силанів загальної формули I в одну стадію синтезу без використання органічного розчинника.

Ще одна перевага запропонованого в винаході способу полягає в протіканні перетворення за порівняно короткий час.

10 Ще одна перевага запропонованого в винаході способу полягає в можливості відмовитися від складного і трудомісткого очищення, відповідно переробки одержуваних продуктів.

1. Приклади

Приклад 1: Одержання $[(EtO)_3Si-(CH_2)_3-NH-C(=O)-NH-(CH_2)_2-S-]_2$ в воді (з промиванням гексаном)

15 В продукту азотом (N_2) 2-літрову чотиригорлу колбу з подвійною сорочкою, оснащену мішалкою KPG, зворотним холодильником, внутрішнім термометром і крапельною лійкою, поміщають дигідрохлорид цистаміну (108,39 г, 0,47 моля, 1,00 екв.) і розчиняють в повністю знесолений воді (940 мл). Далі за допомогою крапельної лійки при температурі в межах від 17 до 20 °C дозують 50 %-ний розчин KOH (92,31 г, 0,82 моля, 1,75 екв.) і перемішують протягом 15 хв. Потім дозують 3-ізоціанатопропілтриетоксисилан (221,05 г, 0,85 моля, 1,8 екв.) таким чином, щоб внутрішня температура не перевищувала 30 °C. Після цього перемішують протягом години при 23 °C. Білу суспензію фільтрують під тиском, промивають 200 мл повністю знесоленої води і сушать протягом 2 год. сухим N_2 . Фільтрувальний осад промивають трьома порціями гексану (по 150 мл) і знову сушать сухим N_2 протягом 1 год. Таким шляхом як продукт одержують

20 $[(EtO)_3Si-(CH_2)_3-NH-C(=O)-NH-(CH_2)_2-S-]_2$ у вигляді дрібного білого порошку (254,78 г, 92,8 % від теорії).

1H -ЯМР (δ в м.ч., 500 МГц, $CDCl_3$): 0,64 (4H, t), 1,22 (18H, t), 1,61 (4H, m), 2,78 (4H, m), 3,15 (4H, m), 3,52 (4H, m), 3,81 (12H, q), 5,2-6,5 (4H, шир.).

^{13}C -ЯМР (δ в м.ч., 125 МГц, $CDCl_3$): 7,7 (2C), 18,3 (6C), 23,8 (2C), 38,8 (2C), 38,9 (2C), 42,8 (2C), 58,3 (6C), 159,0 (2C).

30 ^{29}Si -ЯМР (δ в м.ч., 100 МГц, $CDCl_3$): -45,7 (97,4 % силану), -53,5 (2,6 % M-структур).

Вміст розчинних в $CDCl_3$ компонентів з використанням ТФФО як внутрішнього стандарту: 94,4 %.

Водовміст (згідно з DIN 51777): 0,4 %.

Температура початку плавлення: 106-110 °C.

35 Залишковий вміст ізоціанату: 0,04 %.

Приклад 2: Одержання $[(EtO)_3Si-(CH_2)_3-NH-C(=O)-NH-(CH_2)_2-S-]_2$ в воді (без промивання гексаном)

40 В продукту азотом (N_2) 1-літрову чотиригорлу колбу з подвійною сорочкою, оснащену мішалкою KPG, зворотним холодильником, внутрішнім термометром і крапельною лійкою, поміщають дигідрохлорид цистаміну (108,39 г, 0,47 моля, 1,00 екв.) і розчиняють в повністю знесолений воді (382 мл). Далі за допомогою крапельної лійки при температурі в межах від 15 до 23 °C дозують 50 %-ний розчин KOH (92,31 г, 0,82 моля, 1,75 екв.) і перемішують протягом 30 хв. Потім дозують 3-ізоціанатопропілтриетоксисилан (221,05 г, 0,85 моля, 1,8 екв.) таким чином, щоб внутрішня температура не перевищувала 30 °C. Після цього перемішують протягом години при 24 °C. Білу суспензію фільтрують під тиском, промивають трьома порціями повністю знесоленої води (загалом 340 мл) і сушать протягом 2 год. сухим N_2 . Фільтрувальний осад сушать на роторному випарнику в потоці N_2 протягом 7 год. при температурі 35 °C і тиску 166 мбар, протягом 10 год. при температурі 35 °C і тиску 150 мбар і протягом 9 год. при температурі 35 °C і тиску 100 мбар. Таким шляхом як продукт одержують $[(EtO)_3Si-(CH_2)_3-NH-C(=O)-NH-(CH_2)_2-S-]_2$ у вигляді дрібного білого порошку (246,38 г, 90,7 % від теорії).

1H -ЯМР (δ в м.ч., 500 МГц, $DMCO-d_6$): 0,52 (4H, t), 1,14 (18H, t), 1,42 (4H, m), 2,74 (4H, m), 2,96 (4H, m), 3,29 (4H, m), 3,74 (12H, q), 6,05 (4H, m).

^{13}C -ЯМР (δ в м.ч., 125 МГц, $DMCO-d_6$): 7,3 (2C), 18,2 (6C), 23,5 (2C), 38,5 (2C), 39,6 (2C), 42,0 (2C), 57,7 (6C), 157,9 (2C).

55 ^{29}Si -ЯМР (δ в м.ч., 100 МГц, $DMCO-d_6$): -45,3 (100 % силану).

Вміст розчинних в $DMCO-d_6$ компонентів з використанням ТФФО як внутрішнього стандарту: 86,0 %.

Водовміст (згідно з DIN 51777): 0,7 %.

Температура початку плавлення: 97 °C.

60 Залишковий вміст ізоціанату: 0,08 %.

Приклад 3 (порівняльний): Одержання

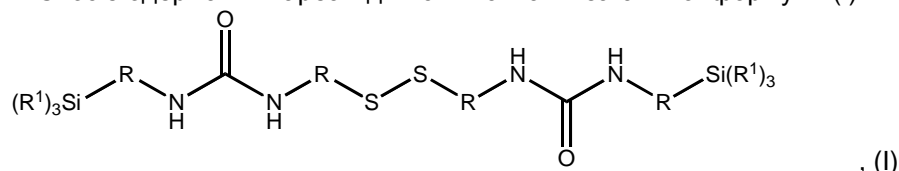
$[(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}-(\text{CH}_2)_2-\text{S}]_2$ в органічних розчинниках (дихлорметані і ТГФ)

В суху і продукту азотом (N_2) тригорлу колбу, оснащену мішалкою, зворотним холодильником, внутрішнім термометром і крапельною лійкою, поміщають дигідрохлорид цистаміну (22,52 г, 0,10 моля, 1,00 екв.) і розчиняють в дихлорметані (100 мл). Далі за допомогою крапельної лійки дозують 50 %-ний розчин KOH (11,5 мл, 0,20 моля, 2,00 екв.). Утворену суспензію додаванням 50 мл повністю знесоленої води переводять в розчин, додатково додають 6,5 мл 50 %-ного розчину KOH і перемішують протягом 2 год. Обидві фази розділяють і водну фазу екстрагують дихлорметаном (3 рази по 50 мл). Об'єднані органічні фази сушать над MgSO_4 , фільтрують і на роторному випарнику видаляють розчинник. Одержане світло-жовте в'язкотекуче масло (цистамін, 12,07 г) розчиняють в ТГФ (100 мл), за допомогою крапельної лійки дозують 3-ізоціанатопропілтриетоксисилан (49,47 г, 0,20 моля, 2,00 екв.) і залишають перемішуватися на ніч при 23 °C. Після завершення реакції видаляють розчинник на роторному випарнику. Утворену білу тверду речовину розчиняють в свіжому ТГФ (84 мл) і осаджують при додаванні л-пентану (521 мл) при 8 °C. Суспензію фільтрують під тиском, фільтрувальний осад промивають w-пентаном (3 рази по 100 мл) і сушать сухим N_2 . Таким шляхом як продукт одержують $[(\text{EtO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{C}(=\text{O})-\text{NH}-(\text{CH}_2)_2-\text{S}]_2$ у вигляді дрібного білого порошку (50,42 г, 77,9 % від теорії).

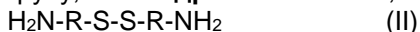
^{29}Si -ЯМР (δ в м.ч., 100 МГц, DMCO-d_6): -40,5 (91,2 % силану), -48,2 (8,9 % М-структур).

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб одержання карбамідвмісних силанів загальної формули (I)



де R^1 мають однакові або різні значення і являють собою C_1 - C_{10} алкоксигрупи, циклічну C_2 - C_{10} діалкоксигрупу, феноксигрупу, C_4 - C_{10} циклоалкоксигрупи, C_6 - C_{20} арильні групи, C_1 - C_{10} алкільну групу, C_2 - C_{20} алкенільну групу, C_7 - C_{20} аралкільну групу або галоген, а R мають однакові або різні значення і являють собою розгалужену або нерозгалужену, насичену або ненасичену, аліфатичну, ароматичну або змішано аліфатичну/ароматичну двовалентну C_1 - C_{30} вуглеводневу групу, який **відрізняється** тим, що діамін загальної формули (II)



піддають у воді взаємодії з ізоціанатсиланом загальної формули (III)



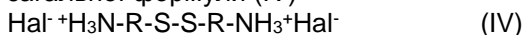
причому взаємодію проводять без органічного розчинника.

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що одержують карбамідвмісні силани загальної формули (I), які являють собою $((\text{EtO})_3\text{Si}-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{S})_2$, $((\text{EtO})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{S})_2$, $((\text{EtO})_3\text{Si}-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{S})_2$, $((\text{EtO})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{S})_2$, $((\text{EtO})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{S})_2$, $((\text{EtO})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{S})_2$, $((\text{EtO})_3\text{Si}-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{S})_2$, $((\text{EtO})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{S})_2$ або $((\text{EtO})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{S})_2$.

3. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що кількість води становить більше 1 мас. % в перерахунку на застосовані діаміни загальної формули (II).

4. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що взаємодію проводять при температурі в межах від 0 до +100 °C.

5. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що діаміни загальної формули (II) перед взаємодією з ізоціанатсиланами загальної формули (III) одержують із гідрогалогенідних солей діамінів загальної формули (IV)



шляхом додавання основи.

6. Спосіб за п. 5, який **відрізняється** тим, що як основу використовують NaOH або KOH .

7. Спосіб за п. 5 або 6, який **відрізняється** тим, що основу додають до встановлення величини pH на значення в межах від 7 до 14.

8. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що діаміни загальної формули (II) і ізоціанатсилани загальної формули (III) використовують в молярному співвідношенні від 1:1,80 до 1:2,25.

9. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що продукт реакції потім відфільтровують і промивають водою і/або органічним розчинником.

10. Спосіб за п. 9, який **відрізняється** тим, що відфільтрований продукт сушать.

Комп'ютерна верстка І. Скворцова

Міністерство розвитку економіки, торгівлі та сільського господарства України,
вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601